

Comportement mécanique et hydrique de différents ciments hydroxyde de calcium**Mechanical and hydric behavior of different calcium hydroxide cements***Kammoun D¹, Jaâfoura S¹, Ben Arab S², Trabelsi M¹*

1- Laboratoire de Biomatériaux, Faculté de Médecine Dentaire, Université de Monastir, Avenue Avicenne, 5019 Monastir, Tunisie.

2- Administration des Services de Santé, Direction Régionale de la Santé Publique de Montréal, Québec.

Correspondance: Pr.Ag Dorra Kammoun, *E-mail: dorra.kammoun76@gmail.com***Résumé:**

Objectif : Evaluer l'absorption, la solubilité, la résistance à la compression et aux forces de cisaillement de quatre ciments hydroxyde de calcium. **Matériel et méthodes:** Le taux de solubilité et d'absorption de 4 ciments hydroxydes: Le Ca(OH)₂ (poudre et liquide), le Life[®], le Dycal[®] et le Calcicur[®], a été déterminé au bout de 24h et après une semaine. L'évaluation du comportement mécanique a porté sur un essai de résistance à la compression à 2 intervalles de temps (7min et 24h). Un test de cisaillement a permis d'explorer le potentiel adhésif de chaque matériau vis-à-vis de la dentine. Le test ANOVA à un facteur a été utilisé pour traiter les résultats obtenus. **Résultats:** Le taux de solubilité ainsi que les taux d'absorption du Ca(OH)₂ (poudre et liquide) sont nettement supérieurs aux Dycal[®] et Life[®]. Le Calcicur[®] est totalement soluble dans l'eau. Les résistances à la compression du Dycal[®] et Life[®] sont nettement supérieures au Ca(OH)₂. Après 24h, ces valeurs s'accroissent considérablement pour les trois matériaux. L'essai de la résistance au cisaillement a montré que Dycal[®], Life[®] et Ca(OH)₂ ne présentent aucune adhésion à la dentine. **Conclusion:** Les ciments hydroxyde de calcium sont solubles dans l'eau ce qui est important en termes de relargage ionique. Leurs taux d'absorption sont relativement importants ce qui leur confère un caractère poreux. Ils présentent un défaut d'étanchéité. Leurs résistances à la compression sont assez faibles et augmentent après un délai de 24 h, il serait donc préférable d'attendre un délai de 24 h ou plus pour condenser un matériau d'obturation définitive.

Mots clés: hydroxyde de calcium, solubilité, résistance au cisaillement, résistance à la compression

Abstract:

Objective: To evaluate the absorption, solubility, resistance to compression and shear bond strength of 4 calcium hydroxide cements. **Materials and Methods:** The solubility and absorption rates of 4 cements hydroxides: Ca (OH) 2 (solid and liquid), the Life[®], the Dycal[®] and Calcicur[®] was determined after 24 hours and after one week. The evaluation of the mechanical behavior involved a compressive strength test at 2 intervals (7min and 24). A shear test was used to explore the adhesive potential of each material to the dentin. The one-way ANOVA test was used to process the results. **Results:** The solubility and absorption rates of Ca(OH)₂ (powder and liquid) are significantly higher than Dycal[®] and Life[®]. Calcicur[®] is completely soluble in water. The compressive strengths of Dycal[®] and Life[®] are well above the Ca(OH)₂ (powder and liquid). After 24h, these values increase considerably for the three materials. The shear strength test showed that Dycal[®], Life[®] and Ca(OH)₂ (powder and liquid) present no adhesion to the surface layer. **Conclusion:** Calcium hydroxide cements are soluble in water, which is important in terms of ionic release. Their absorption rate is relatively high which gives the maporous. They have no sealing capacity. Their compressive strengths are quite low and increase eafter a period of 24h. It would be best to wait a period of 24h or more to condense a restorative material definitive.

Key Words: Calcium Hydroxide, solubility, shear bond strength, compressive strength

Introduction : Le ciment à base d'hydroxyde de calcium a été breveté en 1962, et la première étude clinique de Dycal (DentsplyCaulk, Milford, DE, USA) a été rapportée en 1963⁽¹⁾. Depuis, ce ciment prouve toujours son efficacité dans les procédures de coiffage direct et dans les traitements des lésions périapicales et inter-radiculaires⁽²⁾. Son alcalinité induisant une action bactéricide permet une stimulation des processus biologiques de réparation dentinaire et de néoformation osseuse. Son hydrophilie permet une résolution des lésions périapicales⁽³⁾. Il peut procurer, en plus, un effet sédatif grâce à la libération de salicylates lors de la solubilisation progressive du ciment⁽⁴⁾. Tout en étant un isolant chimique et physique, le matériau de coiffage doit assurer une barrière mécanique en résistant aux forces de pression lors de la condensation d'un amalgame ou le scellement d'un inlay, et aux vibrations occasionnées par un système de condensation mécanique. Toutefois, l'hydroxyde de calcium a tendance à disparaître avec le temps sous n'importe quel type de restauration à cause de ses qualités adhésives médiocres et fourni donc une mauvaise étanchéité⁽²⁾. Sa solubilité très élevée in vitro, au contact du milieu aqueux de l'organe pulpo-dentinaire peut donc compromettre sa pérennité lors de l'emploi clinique⁽⁵⁾. En conséquence, malgré la capacité de formation de ponts dentinaires, les ciments hydroxydes de calcium ne sont pas aptes à fournir une efficacité à long terme face aux bactéries^(6,7). Dans ce cadre, le taux de succès des coiffages pulpaire à l'hydroxyde de calcium varie de 65% à 90% pour un suivi allant jusqu'à 9 ans⁽⁸⁾. Plusieurs formes de matériau à base d'hydroxyde de calcium sont disponibles sur le marché à savoir la suspension aqueuse dont la surface seule durcit par cristallisation, les pâtes type mastic qui durcissent par saponification, les liners, les ciments classiques durcissant par une réaction acide-base et enfin les ciments photopolymérisables⁽⁵⁾. Le but de ce travail expérimental a été d'explorer le comportement hydrique et mécanique de trois formes commerciales d'hydroxyde de calcium utilisées pour le coiffage dentino-pulpaire.

Matériel et méthodes

1. Test de solubilité et d'absorption hydrique

- **Préparation des échantillons:** Afin d'avoir des échantillons de forme et de volume standards, des moules cylindriques en silicone de 5 mm de diamètre et de 1,7 mm d'épaisseur, ont été réalisés. Les moules sont décontaminés par immersion dans l'éthanol pendant 20 minutes puis séchés dans une étuve à 37°C pendant 10 minutes environ. Quatre matériaux hydroxyde à réaction de prise chimique ont été testés: Le Ca(OH)₂ conventionnel (poudre préparée avec du sérum physiologique), le Life Regular[®] (Kerr), le Dycal[®] (Dentsply) et le Calcicur[®] (Voco). Les compositions respectives sont présentées dans le **tableau I**.

Matériau	Compositions	Lot	Manufacturant
Dycal [®]	<i>Base:</i> Hydroxyde de calcium 51%, Oxyde de zinc 9.23%, Stéarate de zinc 29%, <u>Ethyl-toluène sulfonamide</u> 39.48% <i>Catalyseur:</i> Dioxyde de titane 31%, Phosphate de calcium, Oxyde de zinc 9%, Tungstate de calcium 17%, <u>Butylene glycol disalicylate</u> 43%	623401	<u>Dentsply-Caulk</u> Brésil
Life [®]	<i>Base:</i> Hydroxyde de calcium 51%, Oxyde de zinc 13.75%, Stéarate de zinc 25%, <u>Ethyl-toluène sulfonamide</u> 34% <i>Catalyseur:</i> Dioxyde de titane 10%, Sulfate de <u>barium</u> 37.9%, Silicate de <u>méthyl</u> 12%, <u>Submicronsilica</u> 2%, Pigment 0.1%, Polyéthylène <u>méthyl salicylate</u> 38%	3116628	<u>Kerr-Italy</u>
CaOH ₂	Eau ≤1.0, Composant non soluble dans l'acide chlorhydrique ≤0.03, Fer ≤0.030, (Pb) et métaux lourds ≤0.002, Magnésium et composants alcalins ≤0.50, Sel arsenical ≤0.0002, Sulfures (SO ₄) ≤0.50, Taille (maille 325) ≤0.5, Chlorure (Cl) ≤0.005	Non spécifié	Non spécifié
Calcicur	hydroxyde de calcium 45%, Eau de <u>méthyl</u> cellulose, <u>hydroxy méthyl, carboxy méthyl</u> cellulose, composés radio-opaques	1147526	<u>Voco-Germany</u>

Tableau I:
Compositions des
matériaux
hydroxydes étudiés

Les échantillons ont été préparés selon les instructions des fabricants. La poudre de Ca(OH)_2 a été mélangée avec le sérum physiologique selon un ratio P/L = 1/5. La poudre étant pesée à l'aide d'une balance de précision au $1/100^{\text{ème}}$ et le liquide est prélevé à l'aide de micropipette de 25 μl . Deux longueurs égales de base et de catalyseur ont permis de préparer les échantillons de Life Regular[®] et de Dycal[®]. Les échantillons de Calcicur[®] ont été obtenus par remplissage direct des moules en poussant le piston de la seringue. Le malaxage a été conduit à la température ambiante $23^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ et à un pourcentage d'humidité relative de $50\% \pm 10\%$. Les moules remplis ont été couverts par des plaques de verre et placés dans l'étuve à une température de 37°C et à une humidité relative de 95% et ceci pendant une heure. Chaque échantillon obtenu avait un volume de 33,36 mm³. Un nombre total de 40 échantillons est obtenu, soit 10 échantillons de chaque produit testé.

- **Immersion/déshydratation des échantillons:** Chaque échantillon préparé a été immergé dans un tube contenant 10ml d'eau distillée. Les échantillons ont été ainsi conservés pendant 24h. Une première pesée des échantillons a été effectuée à l'aide d'une balance analytique de précision au $1/1000^{\text{ème}}$ (P1). Une déshydratation des échantillons a été conduite par la suite dans un four à 37°C pendant une heure et puis, une deuxième pesée a été réalisée (P2). Les échantillons ont été par la suite immergés dans de nouveaux tubes contenant 10 ml d'eau distillée et ce pour une période d'une semaine. Ensuite une troisième pesée a été réalisée (P3). Les échantillons ont été de nouveau déshydratés dans un four à 37°C pendant 1h. Une dernière pesée est réalisée (P4). Le taux de solubilité de chaque matériau est le rapport en pourcentage entre la perte de poids et le poids de l'échantillon après la première déshydratation soit $(P4 - P2)/P2 * 100$. Le taux d'absorption de chaque échantillon étant le rapport en pourcentage entre l'augmentation en poids de l'échantillon (la différence de poids entre l'échantillon mouillé et déshydraté) et le poids de l'échantillon mouillé; soit :

- Taux d'absorption au bout de 24h = $(P1 - P2)/P1 * 100$
- Taux d'absorption au bout d'une semaine = $(P3 - P4)/P3 * 100$

2. Test de résistance à la compression

- **Préparation des échantillons:** Un moule cylindrique creux en aluminium de 6mm de diamètre interne et de 12 mm de hauteur a été utilisé pour la confection des échantillons. Les dimensions du moule étant conformes aux spécifications de l'ADA (Association Dentaire Américaine) N°30. Un anneau en résine autopolymérisable a servi pour le sertissage des deux parties du moule métallique (**Figure 1**). Les échantillons préparés sont au nombre de 30 répartis en trois groupes: 10 de Ca(OH)_2 , 10 de Life[®]Regular et 10 de Dycal[®]. Le Calcicur ne permettant pas un durcissement sur une grande épaisseur, a été écarté du test de compression. Les matériaux ont été préparés en conservant les mêmes rapports poudre/liquide et base/catalyseur que dans le test précédent. Le moule cylindrique entouré de l'anneau de sertissage a été placé entre deux plaques de verre et rempli de matériau. Le tout a été placé par la suite dans l'étuve réglé à 37°C pendant 1h30 minutes. Après la fin de prise, le moule a été libéré de son anneau et l'échantillon a été récupéré. Pour préciser les données de notre étude, les mesures du diamètre de la base et de la hauteur de chaque cylindre, ont été prises afin de calculer le volume de chaque échantillon.

- **Test de résistance à la compression:** L'échantillon a été placé entre les plateaux d'une machine de traction-compression universelle H5KS Model HTN-5000N afin de mesurer la charge à la rupture en compression. La charge de compression étant appliquée le long de l'axe longitudinal de l'échantillon et la vitesse de descente de l'appareil étant réglée à 1mm/min (**Figure 2**). La résistance à la compression (σ) est exprimée en MPa et calculée à partir du rapport entre la charge maximale enregistrée à la rupture (F) et l'aire initiale de la section de l'éprouvette (S) soit $\sigma = F/S$.

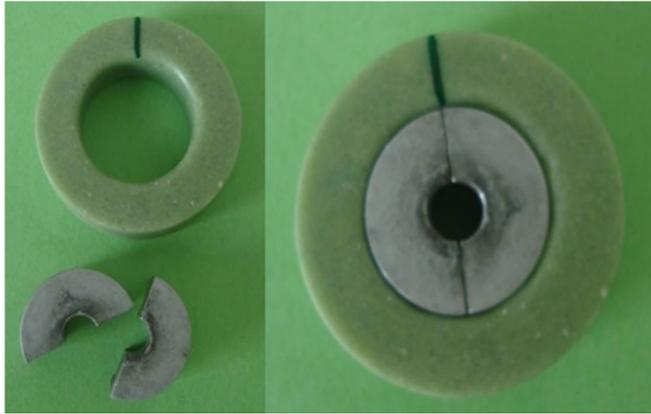


Figure 1: Moule métallique et anneau de sertissage pour la confection des spécimens de résistance à la compression



Figure 2: Echantillon placé sur le plateau inférieur de l'appareil de compression. Le plateau supérieur descend à une vitesse de 1mm/min.

3. Test de résistance au cisaillement : Trente dents naturelles extraites pour des raisons parodontales ont été collectées. Les dents ont été nettoyées des débris tissulaires et des dépôts de tartre et conservées ensuite dans du sérum physiologique. Chaque dent a été incorporée dans un cube de résine transparente. Ces dents ont été ensuite sectionnées à deux niveaux, à 1mm au-dessus de la jonction amélo-dentinaire afin d'exposer la dentine coronaire et à un niveau plus proche de la racine soit 2 à 3 mm au-delà du premier trait de coupe. Le sectionnement a été réalisé en ayant recours à un système de scie de découpage "BuehlerIsomet[®] low speed diamond" menu de disque diamanté à double face de diamètre 127mm/5". La puissance de l'appareil est de 15w, la vitesse de coupe est réglable de 0 à 300 tr/min et l'avancée de coupe se fait par un système de poids. Les surfaces dentinaires des disques obtenus ont été polies à l'aide d'une brosse pour simuler la production de la boue dentinaire. Ces disques de dentine ont été divisés aléatoirement en 4 groupes de 10. Les ciments hydroxydes ont été préparés et placés sur les surfaces dentinaires, chaque groupe ayant reçu un ciment différent. Un moule creux en silicone de 2 mm de diamètre et de 1mm d'épaisseur a été utilisé pour cette étape. La prise des matériaux a été conduite dans l'étuve à 37°C et ce pendant 1h30min. Les échantillons obtenus ont subi par la suite un test de cisaillement à l'interface dent-matériau. Cependant, tous les échantillons de Ca(OH)₂ et de Calciur[®] n'ont présenté aucune adhésion à l'interface dentinaire. Le test de cisaillement a été réalisé par conséquent uniquement pour les matériaux Life[®] Regular et Dycal[®]. La résistance au cisaillement a été mesurée à l'aide de la même machine de traction universelle H5KS Model HTN-5000N qui a été équipée au niveau de son plateau supérieur par une lame à pointe cylindrique de 4 mm de diamètre (**Figure 3**).

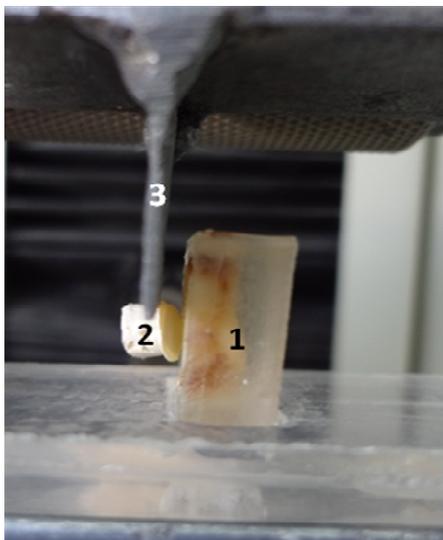


Figure 3: Test de cisaillement montrant le type de rupture à l'interface dentine/ciment.

1. Bloc en résine transparente dans lequel est incorporé le disque dentinaire
2. Disque de matériau hydroxyde décollé de la dentine sous l'effet de la force de cisaillement
- 3: Lame à pointe cylindrique

4. Analyse statistique : L'évaluation des taux de solubilité et d'absorption hydrique ainsi que des valeurs de résistance mécanique à la compression a été réalisée avec le test de variance (ANOVA) à un facteur. Le test T pour échantillons indépendants a été utilisé pour comparer les deux ciments Life[®] et Dycal[®] entre eux. Le test T pour échantillons unique a été utilisé pour des comparaisons des moyennes des taux d'absorption de chaque matériau séparé. La différence moyenne a été considérée significative au niveau 0.05.

Résultats

- Taux de solubilité et d'absorption: Le Calcicur a présenté une solubilité totale dans l'eau distillée, il n'a été donc pas possible de calculer les variations de poids de ce matériau. Le Ca(OH)₂ a présenté un taux de solubilité de 12.1%. Les taux de solubilité respectifs du Life[®] et du Dycal[®] étaient de 2.99% et 8.83%. L'analyse des valeurs de solubilité par le test ANOVA à un facteur a montré que les taux de solubilité varient de façon statistiquement significative ($p < 0.05$) entre les trois groupes de ciments (statistiques inter-groupes) (Tableau II)

Tableau II : ANOVA à un facteur comparant les taux de solubilité des 3 ciments

		Somme des carrés	df	Moyenne des carrés	F	Valeur-p
Taux de solubilité* ciment	Inter-groupes	426,049	2	213,024	14,051	,000
	Intra-groupes	409,352	27	15,161		
	Total	835,401	29			

Taux de solubilité: variable dépendante, Ciment : variable indépendante, F= test de Fisher de significativité des modèles, df= degré de liberté dans l'estimation de la moyenne

Une comparaison a été réalisée entre le Life[®] et le Dycal[®] uniquement vu que ces deux ciments ont des compositions chimiques similaires. La différence a été également significative ($p < 0.05$). Les taux d'absorption hydrique enregistrés au bout de 24 h et après une semaine étaient respectivement de 27.93% et de 28.41% pour le Ca(OH)₂, de 3.75% et de 4.36% pour le Life[®] et de 7.08% et de 8.94% pour le Dycal[®]. Ces taux ont présentés des variations statistiquement significatives entre les 3 ciments combinés ($p < 0.05$) (Tableau III)

Tableau III : ANOVA à un facteur comparant les taux d'absorption des 3 ciments

		Somme des carrés	df	Moyenne des carrés	F	Valeur-p
Taux d'absorption 24h * Ciment	Inter-groupes	3436,014	2	1718,007	181,147	,000
	Intra-groupes	256,069	27	9,484		
	Total	3692,083	29			
Taux d'absorption 1semaine * Ciment	Inter-groupes	3260,807	2	1630,403	295,025	,000
	Intra-groupes	149,211	27	5,526		
	Total	3410,017	29			

Taux d'absorption : Variable dépendante, Ciment : Variable indépendante

Cependant, la différence des taux d'absorption du Life[®] et du Dycal[®] n'a été significative qu'au bout d'une semaine. L'absorption hydrique varie significativement entre 24 h et une semaine pour tous les matériaux testés (Tableau IV).

Tableau IV: Variations des taux d'absorption entre 24h et une semaine (test-t)

Matériau	Taux d'absorption	Test t			Intervalle de confiance des différences à 95%		
		t	df	Sig. (2-tailed)	Moyenne des différences	minimum	maximum
CaOH ₂	24h	97,263	9	,000	2,7936710	27,28695	28,58646
	1semaine	58,507	9	,000	2,8412531	27,31396	29,51109
Life®	24h	2,689	9	,025	3,7548360	,595566	6,91410
	1semaine	3,748	9	,005	4,3656067	1,73063	7,00057
Dycal®	24h	7,856	9	,000	7,0805076	5,04168	9,11932
	1semaine	35,003	9	,000	8,9439332	8,36590	9,52196

t= valeur du test t de Student, Sig. (2-tailed) : Corrélation de Pearson bilatérale (valeur-p)

- **Résistance au cisaillement:** La résistance au cisaillement permet de déterminer les potentiels d'adhésion entre le ciment testé et la surface dentinaire. La moyenne des forces nécessaires pour assurer la rupture entre le matériau et la dentine est très faible pour le Dycal® et le Life®, voire nulle pour le Ca(OH)₂ et le Calcicur. Ces deux derniers n'ont présenté aucun potentiel d'adhésion au tissu dentinaire. La charge à la rupture à l'interface Life-dentine a présenté une valeur moyenne de 6,18 N avec un maximum de 17,2 N, nettement supérieure à celle nécessaire pour provoquer la rupture à l'interface Dycal-dentine. Pour les 40 échantillons testés, 90% ont présenté des fractures adhésives, alors que, uniquement, 2 échantillons ont présenté des fractures cohésives et 2 échantillons ont présenté des fractures mixtes avec des pourcentages respectifs de 5%. La différence entre les valeurs moyennes des charges nécessaires pour provoquer la rupture en cisaillement à l'interface ciment-dentine a été significative ($p = 0,01$).

- **Résistance à la compression:** Le test de compression a permis d'enregistrer les valeurs des forces développées pour assurer la rupture des échantillons. Les valeurs de résistance à la compression des différents ciments hydroxydes testés s'échelonnent entre 0,56 MPa pour le ciment Ca(OH)₂, 3,71 MPa pour le Life® et 6,93 pour le Dycal®. Les valeurs de résistance au bout de 24 h sont nettement supérieures par rapport à la résistance initiale et ce pour tous les ciments testés (**Figure 4**). Les différences entre les moyennes des résistances à la compression des trois ciments testés a été significative ($p < 0,05$) et ce aux deux intervalles de temps.

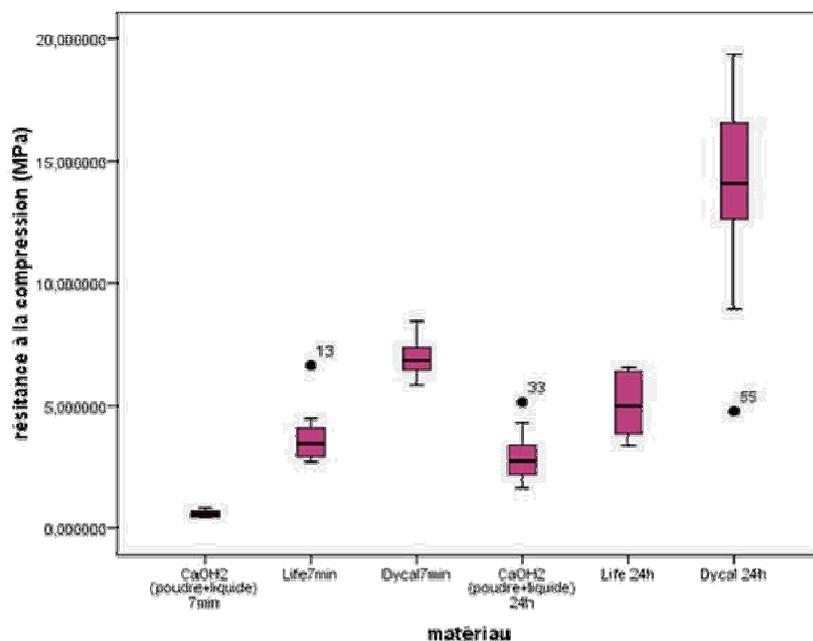


Figure 4: Diagramme en moustache montrant la répartition des valeurs de résistance à la compression pour chaque matériau après 7min et 24h de la réaction de prise.

Discussion : Dans le but de protéger le complexe dentino-pulpaire, plusieurs types de ciment s'offrent à l'omnipraticien dans sa pratique courante. Cependant, certains restent plus utilisés que d'autres pour des raisons biologiques, économiques et parfois techniques telles que la grande efficacité même à faible concentration, la compatibilité avec les matériaux d'obturation et la facilité d'introduction. Les ciments testés dans la présente étude sont d'usage courant dans notre pratique hospitalière et privée pour faire des coiffages pulpaire indirects; c'est le cas du Life[®] et du Dycal[®] ou des coiffages pulpaire directs avec la poudre de Ca(OH)₂ mélangée au sérum physiologique en préparation magistrale ou encore avec le calcicur[®].

- **Solubilité et absorption hydrique:** Les recommandations de l'ADA N°8 ont été adoptées pour mener à bien le protocole expérimental de nos essais tout en apportant quelques modifications pour répondre aux objectifs de cette étude⁽⁹⁾. Les échantillons du Calcicur[®] étaient totalement solubles dans l'eau, la solubilité de ce matériau étant maximale. Les taux de solubilité des ciments Calcicur[®] et Ca(OH)₂ étaient largement plus élevés par rapport aux Dycal[®] et Life[®]. Le Dycal[®] a été significativement plus soluble que le Life[®]. Lopes et coll. ont rapporté les résultats de plusieurs études à ce sujet⁽⁹⁾, Prosser et coll. ont étudié l'effet de la conservation de 4 formes commerciales de ciments hydroxydes de calcium dans l'eau distillée et ont démontré qu'après trois jours, tous les ciments se sont dissous à des taux variables et ont été considérés comme instables et que le Dycal[®] a présenté l'une des plus grandes valeurs de solubilité⁽¹⁰⁾. L'étude de Mc Combet coll. a conclu, après l'évaluation de la solubilité de cinq ciments hydroxydes de calcium conservés dans l'eau distillée pendant 24h, que le Dycal[®] a présenté des valeurs nettement supérieures à celles du Life[®]⁽¹¹⁾. De même, Driscoll et coll., ont constaté que les ciments hydroxydes de calcium continuent à se dissoudre pendant 3 mois et que le Dycal[®] a présenté des valeurs de solubilité supérieures à celles du Life[®]⁽¹²⁾. Toutefois, Hwas et Sandrik ont observé que le Dycal[®] a montré des valeurs de solubilité plus faibles que le Life[®] durant 24h⁽¹³⁾. Pardini et coll ont dénoté à leur tour que le Dycal[®] avait la moindre valeur de solubilité après 1 mois de conservation dans de l'eau distillée mais en comparaison avec le Life[®], l'écart n'était pas statistiquement significatif⁽¹⁴⁾. En fait, Il a été démontré dans la littérature que le véhicule joue le rôle le plus important dans le processus global de dissociation ioniques car il détermine la vitesse de dissociation ionique provoquant la solubilisation et la résorption de la pâte à des taux différents⁽¹⁵⁻¹⁷⁾. En général, trois types de véhicules sont utilisés: Aqueux, visqueux ou huileux. Le véhicule idéal devrait permettre une libération ionique progressive et lente des ions Ca²⁺ et OH⁻, une diffusion lente dans les tissus avec une faible solubilité dans les liquides tissulaires et ne doit pas avoir d'effet négatif sur l'induction de la formation des tissus durs⁽¹⁸⁻²⁰⁾. Marques et coll. ont démontré, également, à travers des études in vitro que le type de véhicule a une relation directe avec la concentration et la vitesse de libération ionique ainsi que les actions antibactériennes lorsque la pâte est transférée dans une zone contaminée⁽²¹⁾. Selon les résultats de notre étude, un véhiculant aqueux tel celui du calcicur et du Ca(OH)₂, est responsable d'un taux de solubilité supérieur par rapport aux ciments à véhiculant non aqueux tel celui du Dycal[®] souligné par la présence dans sa composition de fonctions glycols (polyéthylène-glycol) qui sont des composés très visqueux, et aussi par la présence de fonctions esters. Le Dycal[®] utilise le 1-méthyl triméthylène disalicylate comme ester, tandis que le Life[®] utilise le Polyméthylène méthyl salicylate qui est un ester organique huileux. Prosser et coll. ont démontré que le plastifiant joue un rôle essentiel dans le contrôle de la vitesse de dissolution du ciment dans l'eau⁽¹⁰⁾. Le plastifiant varie également entre le Dycal[®] et le Life[®]; le N-éthyl-sulfonamide toluène pour le Dycal[®] et le diéthyl-p-toluène sulfonamide pour le Life[®]. Le Life[®] présente en outre dans sa composition du sulfate de baryum (BaSO₄) à raison de 37,9% qui est un oxyde insoluble dans l'eau, ce qui est toujours en faveur d'un taux de solubilité très réduit.

L'apport clinique de nos résultats nous emmène vers le choix du ciment hydroxyde de calcium le moins soluble. Cependant, si un matériau de coiffage est choisi pour ses propriétés biologiques, il doit alors présenter un certain degré de dissolution à l'interface dent-matériau. De ce fait, si ce matériau est relativement insoluble, l'échange d'ions avec la couche odontoblastique peut être empêché, et par conséquent la formation de dentine secondaire de réparation est réduite considérablement^(9,12). Il existe donc une corrélation entre le degré de solubilité et les propriétés antibactériennes des ciments hydroxydes de calcium; si un effet bactériostatique est souhaitable, le ciment le plus soluble devrait être utilisé⁽¹⁶⁾. Par ailleurs, un grand nombre d'études a également prouvé que les essais des ciments hydroxydes de calcium dans de l'eau distillée, tel que recommandé par l'ADA, ont fait ressorti des taux de solubilité supérieurs à ceux enregistrés cliniquement^(9,12). Ceci peut être expliqué, d'une part par le fait que l'hydroxyde de calcium comme étant un matériau de coiffage est protégé du milieu buccal par une restauration, et d'autre part il semble que ce matériau est plus soluble dans l'eau distillée que dans la salive ou les fluides buccaux simulés tel que l'a démontré Driscoll et coll.⁽¹²⁾. Il s'est avéré donc que ces tests de solubilité selon l'ADA ne peuvent pas fournir une évaluation correcte de la solubilité des ciments à base de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ et devraient être révisés pour inclure des périodes plus longues qu'une semaine et utiliser un milieu de conservation qui se rapproche le plus de la salive⁽¹²⁾. La finalité de cette démarche expérimentale est d'essayer de justifier le matériau de coiffage le mieux toléré de point de vue clinique en se basant sur son comportement hydrique. Les variabilités des taux d'absorption renseignent sur la capacité du matériau à être infiltré par les liquides. En d'autres termes, plus le taux d'absorption est élevé, plus le matériau est poreux. Les présomptions d'échecs par rapport au coiffage pulpaire et les risques de contamination bactérienne sont par ordre décroissant les plus élevés avec le Calcicur[®], ensuite le $\text{Ca}(\text{OH})_2$ conventionnel puis le Dycal[®] et enfin plus faibles avec le Life[®].

- **Résistance au cisaillement:** L'étude de la résistance au cisaillement est menée selon les directives de l'ADA N°30 concernant le choix des dimensions du moule. En effet, le matériau de coiffage doit adhérer à la dentine tout en permettant une bonne conservation de la préparation. Cette condition peut paraître accessoire mais elle n'est pas négligeable, elle n'est pas non plus indispensable à la réussite de l'intervention, elle est liée à des propriétés telles que la contraction de prise, le coefficient de dilatation thermique, la conductivité thermique et électrique du ciment utilisé. Le Calcicur[®] et le $\text{Ca}(\text{OH})_2$ poudre et liquide, ciments à véhiculant aqueux n'ont présenté aucun potentiel d'adhésion au tissu dentinaire. Le Life[®] et le Dycal[®] renferment des fonctions polyméthylène (polymère thermoplastique) et méthyle (cétone) incorporées à des groupements esters, qui constituent une composante huileuse résineuse pouvant améliorer le potentiel d'adhésion de ces ciments. Cependant, les valeurs d'adhérence restent très faibles compte tenu de la surface de contact réduite avec la dentine et la contraction de prise du matériau. En plus, il faut noter que les ciments à véhiculant non aqueux durcissent par évaporation du solvant ce qui augmente la contraction de prise du ciment. Ce défaut d'adhésion des ciments hydroxydes ajouté à leur structure poreuse peut contrarier leur rôle de barrière chimique. Ils ne peuvent plus empêcher donc les agents toxiques provenant des traitements antiseptiques appliqués sur la dentine, des acides destinés à conditionner la surface dentinaire avant collage et des produits de corrosion relargués par des matériaux métalliques, ou même des monomères résiduels suite à une polymérisation insuffisante, de passer à travers l'obturation^(17,22). Toutefois, si on adopte l'hypothèse qui dit que les effets toxiques directs des matériaux sur la pulpe ne sont plus considérés actuellement comme une cause d'irritation majeure, à condition que la préparation soit hermétiquement scellée, la question qui se pose alors est-ce que les matériaux d'obturation provisoire sont suffisamment étanches ou faut-il obturer d'emblée par un matériau de restauration définitif ? A cet égard, une autre question s'impose: Est-ce que les ciments de coiffage sont

suffisamment résistants pour supporter les forces de condensation des matériaux d'obturation définitive?

- **Résistance à la compression:** L'étude de la résistance à la compression a été menée selon les directives de l'ADA N°30 concernant le choix des dimensions du moule⁽⁵⁾. Il a été noté que la prise nécessaire pour les échantillons du Calcicur[®] a dépassé la durée de 24h, le temps préconisé à l'étude, et après démoulage des échantillons, le matériau s'est effrité. De ce fait, les tests n'ont pas pu être réalisés sur ce produit vu qu'il ne permet un durcissement que sur une faible épaisseur. Le Calcicur[®] a présenté alors une instabilité mécanique accrue par rapport aux trois autres matériaux. Les résultats enregistrés avec les autres matériaux ont montré que les résistances à la compression des échantillons de Dycal[®] et de Life[®] sont nettement supérieures par rapport aux échantillons de Ca(OH)₂ conventionnel. En effet, les matériaux à prise rapide gagnent de la dureté rapidement, mais bien qu'améliorée ces dernières années, elle reste insuffisante pour supporter les forces d'écrasement. L'hydroxyde de calcium ne durcissant pratiquement pas, on y adjoint des produits qui peuvent modifier ses propriétés. D'une façon générale, toute adjonction de solidifiant résineux s'est avérée néfaste du point de vue biologique. Il a été noté également que les valeurs de la résistance à la compression ont augmenté considérablement au bout de 24h et ceci a été évalué pour les trois matériaux étudiés et en particulier pour le Ca(OH)₂ conventionnel. Ces résultats signifient que la résistance à la compression de chaque matériau peut s'améliorer en fonction du temps bien que cette étude s'est limitée à deux intervalles de temps uniquement et on n'a pu établir une corrélation. Le choix de cet intervalle de temps pourrait être argumenté par la nécessité d'attendre au moins 24h avant de mettre en place une obturation définitive couvrant un ciment d'hydroxyde de calcium. En fait, le matériau de coiffage doit avoir une certaine résistance à la pression surtout avec les matériaux d'obturation dont le module d'élasticité est élevé et qui nécessitent des pressions de condensations importantes lors de la mise en place dans la cavité. Par exemple, une résine dont le module d'élasticité (E) est de 2.5 GPa nécessite une force de pression lors de la condensation 4 fois moins importante qu'un matériau métallique rigide tel que l'amalgame dont E = 20 GPa. Il faut souligner que, d'après les résultats trouvés, le Dycal[®] étant plus résistant que le Life[®]. Les valeurs trouvées sont en accord avec celles de Louwakul et Lertchirakarn⁽²³⁾ qui ont affirmé que la résistance à la compression du Dycal[®] était plus élevée que la force minimale requise par la norme ISO 3107:2004, ce qui prouve que le Dycal[®] est assez puissant pour résister à la force moyenne de 10,5N/mm² (10,5 MPa) qui s'exerce à travers une série de condensation de l'amalgame. L'étude de Draheim et coll. a montré néanmoins que les valeurs de la résistance à la compression des Dycal[®] et Life[®] n'ont pas été significativement différentes après 7min, mais après 24h, la résistance moyenne à la compression du Life[®] a été nettement plus élevée que celle du Dycal[®] ⁽²⁴⁾. Ces deux matériaux offrent donc une résistance remarquable, qui pourrait être satisfaisante, en la comparant avec celle des autres formes d'hydroxyde testées. Ils peuvent constituer des matériaux de coiffage de choix pouvant offrir un meilleur soutien pour les restaurations sus-jacentes. Hwas et coll. ont montré qu'il n'y avait pas de différence dans la résistance à la compression de l'hydroxyde de calcium après 7min et 24h. On pourrait ainsi placer le matériau de restauration définitive sans attendre une séance ultérieure⁽¹³⁾.

De nombreux travaux cliniques comme ceux de Prosser et coll. et ceux de Pardini et coll. rapporté par Devito ont souligné une corrélation possible entre la solubilité des ciments hydroxydes de calcium et leur instabilité mécanique^(2,10,14). Ainsi, lorsque ces ciments se trouvent au contact de l'eau, il y aura libération des ions calcium et d'hydroxyde. Ceci conduit aux micro-infiltrations et influence considérablement les propriétés physiques du ciment hydroxyde de calcium. Perera et coll. ont mené une étude clinique pour voir la capacité de résistance des ciments hydroxydes de calcium aux forces de condensation de l'amalgame et ils ont approuvé que la condensation est l'une des étapes les plus importantes dans la thérapie

restauratrice qui garantit une bonne étanchéité, moins d'infiltration et une bonne résistance à la fracture et à la corrosion. Ils ont montré que la résistance à la compression est d'autant plus faible que l'épaisseur de l'hydroxyde de calcium dépasse 0,5mm. Ainsi, la mise en place de couches épaisses aura tendance à déplacer le ciment hydroxyde de calcium en raison de sa faible élasticité⁽²⁵⁾.

Dans le cadre de cette étude, il a été démontré que les pressions nécessaires pour la condensation d'amalgame peuvent dépasser la résistance à la compression du Dycal®. Cependant, ce matériau a pu résister jusqu'à trois fois plus que sa résistance initiale. Ceci a été expliqué par le fait que les parois latérales des cavités de classes I et II contribuent à assurer la stabilité du matériau. Ceci explique, en fait, pourquoi les ciments hydroxydes de calcium même avec une faible résistance à la compression ne se fracturent pas sous l'effet des forces de condensation de l'amalgame. D'un point de vue fondamental, notre travail a mis en exergue les comportements mécaniques des ciments Calcicur®, Ca(OH)₂ conventionnel, Dycal® et Life® et nous avons retiré comme conclusion que le Dycal est le matériau le plus adéquat de point de vue résistance à la compression. Il semble aussi qu'une restauration à l'amalgame devrait être réalisée de préférence après un délai de 24h afin de laisser le temps aux ciments hydroxydes d'acquérir un maximum de résistance mécanique. Cette dernière est nécessaire au moment de l'insertion de l'amalgame mais, par la suite, elle serait indispensable car ce matériau trouve ses principales indications dans des restaurations soumises aux contraintes occlusales. Pour garantir cette résistance, nous proposons la mise en place d'un substitut dentinaire, afin d'améliorer la répartition des forces de pression au cours de la condensation ou la fonction et apporter ainsi une solution rationnelle au manque de stabilité mécanique des ciments hydroxydes.

Si l'inconvénient de la solubilité des ciments hydroxydes de calcium peut être contrebalancé par l'avantage du relargage et la précipitation ionique qui permet la reminéralisation, il serait alors intéressant de quantifier cette dissociation ionique pour mieux tolérer la solubilité de ces ciments. L'analyse de la résistance à la compression s'est appuyée sur une méthodologie expérimentale qui se limite à un intervalle de 24h, il serait donc difficile de surestimer l'apport du facteur temps dans l'évolution de la résistance à la compression des ciments testés. Concernant la résistance au cisaillement, ce test a été réalisé à l'interface de disques dentinaires n'ayant aucune fonction biologique, alors que les thérapeutiques de coiffage s'adressent à un tissu vivant qui possède plus ou moins un potentiel de réparation et qui pourrait influencer l'adhésion de ces ciments.

Références

1. Komabayashi T, zhu Q, Eberhart R and Imai Y. Current status of direct pulp-capping materials for permanent teeth. *Dental Materials Journal* 2016; 35:1–12
2. Devito KL, Ortega AI, Haiter-Neto F. Effect of the storage in water on the radiopacity of calcium hydroxide cements. *Braz J Oral Sci* 2006;5:958-62.
3. Louwakul P, Lertchirakarn V. Incorporation of anti-inflammatory agent into calcium hydroxide pulp capping material: An in vitro study of physical and mechanical properties. *Dent Mater J* 2012;31:32-9.
4. Hume WR. La protection pulpaire pendant et après la restauration de la dent. In: Mount GJ, Hume WR, eds. Préservation et restauration de la structure dentaire. *Bruxelles: De Boeck Université, 2002:203-10.*
5. El-Araby A, Al-Jabab A. The influence of some dentin primers on calcium hydroxide lining cement. *J Contemp Dent Pract* 2005;6:1-8
6. Baba N, Berry F, Lehnhoff M. Early shear bond strength of experimental amalgam-bonding combinations with and without thermocycling. *Int Arab J Dent* 2011;2:55-9.

7. Barbosa DB, Barão VA, Monteiro DR, Marra J, Pero AC, Compagnoni MA. A technique for fabrication specimens for shear bond test using an embedded machine. *RevOdontol UNESP* 2007;36:189-92.
8. Blunck U. Coiffage pulpaire direct: Systèmes adhésifs ou hydroxyde de calcium. *Real Clin* 1999;10:225-35.
9. Francisconi LF, de Freitas AP, Scaffa PM, Mondelli RF, FrancisconiPA. Water sorption and solubility of different calcium hydroxide cements. *J Appl Oral Sci* 2009;17:427-31.
10. Prosser HJ, Groffman DM, Wilson AD. The effect of composition on the erosion properties of calcium hydroxide cements. *J Dent Res.* 1982;61:1431-5.
11. Combe EC, Braden M, Prosser HJ, Brown D, Sherriff M, Bunton NP, Strang R, Causton BE, van Noort R, Fletcher AM, et al. Dental materials: Literature review Part 2. *J Dent* 1985;13:192-229.
12. Driscoll CF, Woolsey GD, Reddy TG, Craig RG. Solubility of zinc oxide-eugenol and calcium hydroxide cements in simulated dentinal fluid. *J Oral Rehabil* 1989;16:451-5.
13. Hwas M, Sandrik JL. Acid and water solubility and strength of calcium hydroxide bases. *J Am Dent Assoc* 1984;108:46-8.
14. Pardini LC, Pereira JC, Mondelli J, Lopes ES, Berbert A, Netto JC. Hardness and solubility of the calcium hydroxide cement under amalgam restorations. "in vitro" Study. *Rev Paul Odontol.* 1986;8:10-21.
15. Fava LR, Saunders WP. Calcium hydroxide pastes: Classification and clinical indications. *Int Endod J* 1999;32:257-82.
16. Titus HW, Draheim RN, Murrey AJ. The effect of enamel etchant on the solubility of three calcium hydroxide bases. *J Prosthet Dent* 1988;60:178-80.
17. Summit JB, Robins JW, Hilton TJ, Schwartz RS. Fundamentals of Operative Dentistry: A contemporary approach. Hanover Park (IL): Quintessence Publishing Co Inc., 2006. *J Prosthet Dent* 1988;60:178-80.
18. de Andrade Ferreira FB, Silva E SouzaPde A, do Vale MS, de Moraes IG, Granjeiro JM. Evaluation of pH levels and calcium ion release in various calcium hydroxide endodontic dressings. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 2004;97:388-92.
19. Garcia L1, Cristiane S, Wilson M, Soraya M, Lopes RA, Mônica R, de Freitas O. Biocompatibility assessment of pastes containing copaiba oil resin, propolis, and calcium hydroxide in the subcutaneous tissue of rats. *J Conserv Dent* 2011;14:108-12.
20. Siqueira JF Jr, Rôças IN, Cardoso CC, Macedo SB, Lopes HP. Antibacterial effects of a new medicament - the ozonized oil - compared to calcium hydroxide pastes. *Rev Bras Odont* 2000;57:252-6.
21. Marques AA, Sponchiado EC Jr, Garcia LF, Garrido AD, França SC, Lia RC. Morphological analysis of tissue reaction caused by a new endodontic paste in subcutaneous tissue of rats. *J Conserv Dent* 2011;14:309-13.
22. Rajendran R, Sivapathasundharam B. Shafer's textbook of oral pathology (6th Edition). Noida: Elsevier, 2009.
23. Louwakul P, Lertchirakarn V. Incorporation of anti-inflammatory agent into calcium hydroxide pulp capping material: An in vitro study of physical and mechanical properties. *Dent Mater J* 2012;31:32-9.
24. Draheim RN, Murrey AJ. Compressive strength of two calcium hydroxide bases. *J Prosthet Dent* 1985;54:365-6.
25. Perera JC, Gonçalves Santos PC, Francischone CE, Coradazzi JL. Surface roughness of calcium hydroxide cements after manual and mechanical condensation of amalgam. *Revista da Fob.* 1993;1:55-59.